

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11181418 A**

(43) Date of publication of application: **06.07.99**

(51) Int. Cl.

C09K 11/00
C09K 11/08
C09K 11/64

(21) Application number: **09357093**

(71) Applicant: **KASEI OPTONIX CO LTD**

(22) Date of filing: **25.12.97**

(72) Inventor: **MIURA NORIO**

(54) FORMATION OF FLUORESCENT FILM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To form a high-luminance fluorescent film to be used in e.g. flat panel displays, by coating 2a substrate with a specific fluophor paste composition followed by baking it in an atmosphere with low oxygen concentration compared to the air so as to suppress the heat deterioration of the fluophor.

SOLUTION: This fluorescent film is formed by coating a substrate with a fluophor paste composition prepared by incorporating an organic solvent such as an alcohol with a fluophor such as of aluminate and a binder resin such as ethyl cellulose followed by baking the composition in an atmosphere lower in oxygen concentration (pref. 1-15 vol.%) than the air.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

071211 11181418 5099 2111

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-181418

(43) 公開日 平成11年(1999) 7月6日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 9 K 11/00

C 0 9 K 11/00

A

11/08

11/08

B

11/64

C P P

11/64

C P P

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 3 頁)

(21) 出願番号

特願平9-357093

(22) 出願日

平成9年(1997)12月25日

(71) 出願人 390019976

化成オプトニクス株式会社

神奈川県小田原市成田1060番地

(72) 発明者 三浦 典夫

神奈川県小田原市成田1060番地 化成オプトニクス株式会社内

(74) 代理人 弁理士 萩原 亮一 (外2名)

(54) 【発明の名称】 蛍光膜の形成方法

(57) 【要約】

【課題】 ベーキングによる発光輝度の低下を抑制し、優れた発光特性を有し、PDP、FED等のFPDに適した酸化物系蛍光体の蛍光膜を形成する方法を提供しようとするものである。

【解決手段】 有機溶剤中に蛍光体及びバインダー樹脂を添加した蛍光体ペースト組成物を基板上に塗布した後、大気中の酸素濃度より低い酸素濃度、例えば1～15体積%の雰囲気中でベーキングすることを特徴とする蛍光膜の形成方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機溶剤中に蛍光体及びバインダー樹脂を添加した蛍光体ペースト組成物を基板上に塗布した後、大気中の酸素濃度より低い酸素濃度雰囲気中でベーキングすることを特徴とする蛍光膜の形成方法。

【請求項 2】 前記ベーキング雰囲気の酸素濃度を 1～15 容積%の範囲に調整することを特徴とする請求項 1 記載の蛍光膜の形成方法。

【請求項 3】 前記蛍光体がアルミン酸塩蛍光体であることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の蛍光膜の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、主としてプラズマディスプレイ（PDP）やフィールドエミッションディスプレイ（FED）等のフラットパネルディスプレイ（FPD）用の蛍光膜を形成する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】PDP、FED等のFPD用蛍光膜の作成は、蛍光体粉末、樹脂及び溶剤等からなる蛍光体ペーストをガラス等の透明な基板上の所定の位置に塗布して蛍光体塗布膜を形成した後、空气中、500℃前後の温度でベーキングして蛍光体塗布膜中の有機物成分を除去することによって行われている。

【0003】上記の蛍光膜の形成方法では、ベーキング工程で蛍光体が熱劣化するため、その蛍光膜を有するディスプレイでは、蛍光体の発光特性が充分に発揮されず、十分な発光輝度が得られないという問題があり、その改善が望まれていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の問題を解消し、ベーキングによる発光輝度の低下を抑制し、優れた発光特性を有し、PDP、FED等のFPDに適した酸化物系蛍光体の蛍光膜を形成する方法を提供しようとするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、下記の構成を採用することにより、上記の課題の解決に成功した。

(1) 有機溶剤中に蛍光体及びバインダー樹脂を添加した蛍光体ペースト組成物を基板上に塗布した後、大気中の酸素濃度より低い酸素濃度雰囲気中でベーキングすることを特徴とする蛍光膜の形成方法。

(2) 前記ベーキング雰囲気の酸素濃度を 1～15 容積%の範囲に調整することを特徴とする前記(1)記載の蛍光膜の形成方法。

(3) 前記蛍光体が、アルミン酸塩蛍光体であることを特徴とする前記(1)又は(2)記載の蛍光膜の形成方法。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明は、有機溶剤中に蛍光体及びバインダー樹脂を配合した蛍光体ペースト組成物を基

板上に塗布した後、大気中の酸素濃度より低い酸素濃度雰囲気中でベーキングすることにより、ベーキングによる発光輝度の低下を抑制し、優れた発光特性を有し、PDP、FED等のFPDに適した酸化物系蛍光体の蛍光膜を形成することに成功した。

【0007】本発明を、PDP用の蛍光膜の形成方法を例にして説明すると、まず、ガラス等の透明な基板上の所定の位置に電極を設け、さらにその全面を誘電体で覆い、その中間部に、例えばフリットガラス入りのペーストをスクリーン印刷等により塗り重ねて一定の高さ及び間隔をもったストライプ状セル障壁（リブ）を形成し、その各リブの内面に蛍光体ペーストを塗布する。このときに用いる蛍光体ペーストは（Gd, Y）BO₃:Eu（赤色）、BaMgAl₁₄O₂₃:Eu（青色）、Zn₂SiO₄:Mn（緑色）等の、真空紫外線で励起すると高効率に発光するPDP用蛍光体と、PVA、エチルセルロース、アクリル樹脂等からなるビヒクルをアルコール、ブチルカルビトール、テルピネオール等の溶剤に溶解し、樹脂溶液に混合、分散させて調製する。

【0008】蛍光体ペーストの塗布は、例えばスクリーン印刷法等により、上記各リブ内に塗布して蛍光体塗布膜を形成し、これを乾燥する。次に、得られた蛍光体塗布膜を炉内の雰囲気調整が可能な電気炉等の焼成処理装置に基板ごと挿入し、炉内部に不活性ガスを通気しながら炉を昇温し、加熱してベーキングを行う。ここで用いる不活性ガスは、経済性、取り扱い性等の点から主に窒素ガスが好適に用いられるが、窒素ガスの外にアルゴンガスや炭酸ガス等を通気しても良い。

【0009】この時、不活性ガスを通気する理由は、蛍光体塗布膜をベーキングする際の、焼成雰囲気中の酸素分圧を大気中のそれよりも低くするためであり、したがって、ベーキング中の炉内の酸素分圧を経時的に逐次測定しながら、炉内の酸素分圧がおよそ 1～15 容積%となるように炉内への不活性ガスの通気量を調節する。

【0010】ベーキング中における炉内（熱処理雰囲気）の酸素分圧が 1 容積%より低くなると、蛍光体ペースト中のバインダー樹脂の着色度が次第に顕著となつて、得られた蛍光膜の発光輝度が著しく低下する。また、熱処理雰囲気中の酸素分圧が 15 容積%より高くなると、蛍光体の熱劣化の防止効果が得られないため、やはり得られる蛍光膜のベーキングにより発光輝度が低下するために共に好ましくない。従って、ベーキング時の熱処理雰囲気としては、雰囲気中の酸素分圧が 1～15 %容積%となるようにコントロールすることが必要である。

【0011】ベーキングは、従来の蛍光膜形成方法と変わらなく、400～500℃の温度で 0.5～2 時間ベーキングすれば充分である。なお、ベーキング中、不活性ガスを通気する代わりに、ポンプで空気を吸引しながら焼成して、炉内の酸素分圧を調整してもよい。このよ

うにして、基板の上に蛍光膜を形成した後、その上に維持電極及びMgO等の誘電体層からなる別の透明基板を設け、さらに、周辺を封じて内部に不活性ガスを封入することによってPDPを完成する。

【0012】 蛍光体の中、青色発光の $BaMgAl_{14}O_{23}$ ：Eu蛍光体等のアルミン酸塩蛍光体は特に熱による劣化が激しく、ベーキング工程を経るとベーキング前に比べてその発光輝度が大きく低下する。本発明の蛍光膜の形成方法は、この種のアルミン酸塩蛍光体に対して特に有効である。

【0013】 以上、PDP用蛍光膜を形成する場合を例にして本発明を説明したが、本発明の蛍光膜形成方法は、FED用蛍光膜等、有機バインダーと蛍光体とを含有する蛍光体ペーストを用いて基板上に蛍光膜を形成する場合であれば、PDP用蛍光膜作成の場合と同様に適用することができる。

【0014】

【実施例】（実施例1及び比較例1）PDP用青色発光蛍光体〔組成 $(Ba, Eu)MgAl_{10}O_{17}$ 〕（化成オプトニクス社製、KX501A）30部を、ブチルカルビトール及びブチルカルビトールアセテートに溶解したエチルセルロース樹脂液70部に分散させて、蛍光体ペーストを調製し、該蛍光体ペーストをガラス基板上に、乾燥膜厚が $30\mu m$ となるよう塗布して乾燥し、蛍光体塗布膜を得た。

【0015】 次に、この蛍光体塗布膜中の樹脂成分を除去するため、炉内の雰囲気制御可能な電気炉内に入れ、炉の内部に窒素ガスを通気して酸素濃度を10～11%容積に調整し、炉内の加熱温度を $10^{\circ}C$ /分の昇温速度で $450^{\circ}C$ まで昇温し、1時間保持した後、 $2^{\circ}C$ /分の降温速度で冷却し、 $250^{\circ}C$ まで窒素ガスを通気し、それ以降は、通気を停止して加熱処理することにより、樹脂分を除去して実施例1の蛍光膜を得た。

【0016】 比較のために、実施例1において、加熱処理工程における窒素ガスの通気を停止して、通常の空气中で加熱処理した以外は、実施例1と同様にしてガラス基板上に比較例1の蛍光膜を形成した。

【0017】 このようにして得た実施例1の蛍光膜及び比較例1の蛍光膜に対し、真空紫外線（VUV）を照射して発光輝度を測定して比較したところ、実施例1の蛍光膜の発光輝度は、比較例1の蛍光膜よりも10%高輝度であった。

【0018】（実施例2及び比較例2）実施例1において、加熱処理工程における窒素ガスの通気量を調節して酸素濃度を5～6%容積に制御した以外は、実施例1と同様にして実施例2の蛍光膜を形成した。

10 【0019】 比較のために、実施例2において、加熱処理工程における窒素ガスの通気を停止して、通常の空气中で加熱処理した以外は、実施例2と同様にしてガラス基板上に比較例2の蛍光膜を形成した。

【0020】 このようにして得た実施例2の蛍光膜及び比較例2の蛍光膜に対し、真空紫外線（VUV）照射下での発光輝度を測定して比較したところ、実施例2の蛍光膜の発光輝度は比較例2の蛍光膜よりも19%高輝度であった。

20 【0021】（実施例3）実施例1において、蛍光体ペーストの調製で、バインダー樹脂としてアクリル樹脂を用いた以外は、実施例1と同様にして実施例3の蛍光膜を形成した。

【0022】 比較のために、実施例3において、加熱処理工程における窒素ガスの通気を停止して、通常の空气中で加熱処理した以外は、実施例3と同様にしてガラス基板上に比較例3の蛍光膜を形成した。

30 【0023】 このようにして得た実施例3の蛍光膜及び比較例3の蛍光膜に対し、VUV照射下での発光輝度を測定して比較したところ、実施例3の蛍光膜の発光輝度は比較例3の蛍光膜よりも18%高輝度であった。

【0024】

【発明の効果】 本発明は、前記の構成を採用することにより、ベーキング時の蛍光体の熱劣化を抑制し、発光輝度の低下を著しく低減でき、特に、ベーキングによる熱劣化の大きい蛍光体を含有する蛍光体ペースト組成物を用いて蛍光膜を形成する場合には、高輝度の蛍光膜を提供できるので、工業的利用価値は大である。

THIS PAGE BLANK (USPTO)